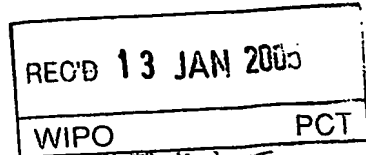


21.10.2004

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 2003年10月10日
Date of Application:

出願番号 特願2003-351497
Application Number:
[ST. 10/C]: [JP2003-351497]

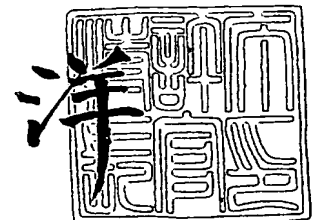
出願人 住友電気工業株式会社
Applicant(s): 住友電工ハードメタル株式会社

**PRIORITY
DOCUMENT**
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2004年12月22日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小川

**BEST AVAILABLE COPY**

出証番号 出証特2004-3106689

【書類名】 特許願
【整理番号】 102I0301
【あて先】 特許庁長官 殿
【国際特許分類】 B21C 3/02
B23C 27/20
C01B 31/06
C30B 29/04
G01N 1/06

【発明者】
【住所又は居所】 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目 1 番 1 号 住友電気工業株式会社 伊丹製作所内
角谷 均
【氏名】
【特許出願人】
【識別番号】 000002130
【氏名又は名称】 住友電気工業株式会社
【代理人】
【識別番号】 100102691
【弁理士】
【氏名又は名称】 中野 稔
【選任した代理人】
【識別番号】 100111176
【弁理士】
【氏名又は名称】 服部 保次
【選任した代理人】
【識別番号】 100112117
【弁理士】
【氏名又は名称】 山口 幹雄
【選任した代理人】
【識別番号】 100116366
【弁理士】
【氏名又は名称】 二島 英明
【手数料の表示】
【予納台帳番号】 008224
【納付金額】 21,000円
【提出物件の目録】
【物件名】 特許請求の範囲 1
【物件名】 明細書 1
【物件名】 図面 1
【物件名】 要約書 1
【包括委任状番号】 0114173

【書類名】 特許請求の範囲**【請求項 1】**

高圧下の温度差法により人工的に合成された単結晶ダイヤモンドから作製されたダイヤモンド工具において、結晶中ダイヤモンドの不純物量が 3 ppm 以下であることを特徴とするダイヤモンド工具。

【請求項 2】

高圧下の温度差法により人工的に合成された単結晶ダイヤモンドから作製されたダイヤモンド工具において、結晶中ダイヤモンドの不純物量が 0.1 ppm 以下であることを特徴とする請求項 1 に記載のダイヤモンド工具。

【請求項 3】

高圧下の温度差法により人工的に合成された単結晶ダイヤモンドから作製されたダイヤモンド工具において、該ダイヤモンド工具が超精密切削バイトである事を特徴とする請求項 1 または 2 に記載のダイヤモンド工具。

【請求項 4】

高圧下の温度差法により人工的に合成された単結晶ダイヤモンドから作製されたダイヤモンド工具において、該ダイヤモンド工具がマイクローム、ナイフである事を特徴とする請求項 1 または 2 に記載のダイヤモンド工具。

【請求項 5】

高圧下の温度差法により人工的に合成された単結晶ダイヤモンドから作製されたダイヤモンド工具において、該ダイヤモンド工具が線引用ダイスである事を特徴とする請求項 1 または 2 に記載のダイヤモンド工具。

【請求項 6】

高圧下の温度差法により人工的に合成された単結晶ダイヤモンドから作製されたダイヤモンド工具において、該ダイヤモンド工具がドレッサーである事を特徴とする請求項 1 または 2 に記載のダイヤモンド工具。

【書類名】明細書

【発明の名称】ダイヤモンド工具

【技術分野】

【0001】

本発明は、ダイヤモンド工具に関するもので、特に、シャープな刃先を有し、耐摩耗性や耐欠損性に優れ、かつ品質の安定したダイヤモンドバイトやナイフ、または耐摩耗性に優れたダイヤモンドダイスやドレッサーなど、優れた性能を有するダイヤモンド工具を提供するものである。

【背景技術】

【0002】

従来の単結晶ダイヤモンド工具は、天然ダイヤモンドの中から適当な原石を選択し、製作されたものであった。また、一部では、窒素を不純物として含む人工合成単結晶ダイヤモンド（Ib型）が使用されていた。

【非特許文献1】Sumiya et al., Diamond and Related Materials, 5, 1359 (1996)

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0003】

天然ダイヤモンドは、多くの窒素不純物を含み、地球内部の複雑な成長履歴を反映して、結晶内に多くの歪や結晶欠陥を持ち、結晶によるバラツキも大きい。天然ダイヤモンドからは、不純物や結晶欠陥を含まない高い品質の結晶を安定入手することはほとんど不可能である。天然ダイヤモンドが持つこうした結晶欠陥や不純物は破壊の起点となる。そのため、従来の天然ダイヤモンドを用いた工具は、品質が安定せず、性能や寿命が大きくバラついていた。

【0004】

これに対し、ダイヤモンドが熱力学的に安定な高圧高温条件下で育成される合成ダイヤモンド単結晶は、天然ダイヤモンドよりはるかに結晶性に優れ、品質も安定している。しかし、通常の合成ダイヤモンドは、窒素を孤立置換型不純物として数十ppmから数百ppm含み（Ib型）、各種の特性に影響を及ぼす。特に、紫外域と赤外域に窒素不純物による強い吸収が生じる。また、この窒素不純物は結晶中に不均一に分布しており、このため、結晶内部に少なからず歪が生じる。

【0005】

また人工合成ダイヤモンドでは、窒素不純物を孤立置換型不純物として含むIb型のダイヤモンドが一部で切削工具やナイフなどに用いられている。人工合成ダイヤモンドは、品質の安定性は天然ダイヤモンドよりもはるかに優れるが、工具の特性を左右する刃立性、耐摩耗性は十分とはいえなかった。

【0006】

この発明は、上記従来技術の問題点を解決し、従来のダイヤモンド工具よりはるかに優れた、刃立性、耐摩耗性、品質の安定性を有するダイヤモンド工具を提供することを課題とする。

【課題を解決するための手段】

【0007】

本願発明は上記問題点を解決するため、高圧下の温度差法により人工的に合成された単結晶ダイヤモンドから作製されたダイヤモンド工具において、結晶中ダイヤモンドの不純物量が3ppm以下であることを特徴とするダイヤモンド工具を提供する。また、より好ましくは、同ダイヤモンド工具において、結晶中ダイヤモンドの不純物量が0.1ppm以下であることができる。

【0008】

人工合成ダイヤモンドの窒素不純物は、高圧合成時に窒素ゲッターとなる成分を溶媒に添加することで除去できるが、インクルージョンを含み易くなり良質な結晶が得られなく

なる。しかし、本発明者らにより、窒素ゲッターを添加しても良質な結晶が得られる方法が示された（非特許文献1）。このようにして、窒素不純物を3ppm以下に制御した高純度合成ダイヤモンド結晶（IIa型）は、不純物による結晶欠陥や歪がない。このため、硬度、強度などの機械的特性が向上し、品質のバラツキも小さくなると考えられる。また、紫外域の270nmに若干窒素不純物による吸収があるものの、それ以外は不純物による吸収がない。窒素量を0.1ppm以下にすれば270nmの吸収も見られず、紫外から、遠赤外まで透明な結晶が得られる。

【0009】

本発明者等は、この高純度合成ダイヤモンドの機械的特性を詳細に調べたところ、天然ダイヤモンドや従来の合成ダイヤモンドに見られない特徴を有することを見いだした。

【0010】

表1に、窒素量の異なる合成ダイヤモンド結晶の(100)面の<100>方向および<110>方向のヌープ硬度を測定した結果を示す。(100)面<100>方向のヌープ硬度は、図1に示すように、窒素量の減少とともに向上する。窒素量1ppm以下のものは、硬度10000kg/mm²以上と高硬度である。また、窒素が3ppm以下の合成ダイヤモンド結晶においては、(100)面<110>方向は正常なヌープ圧痕が形成されず、非常に硬いことがわかる。図2に、窒素量0.1ppmの合成IIa型ダイヤモンド結晶と、60~240ppmの窒素を含むIb型ダイヤモンド結晶、および天然のIIa型ダイヤモンド結晶（凝集型窒素不純物を約1000ppm含む）の(100)面上の各方位のヌープ硬度の測定結果を示す。

【0011】

【表1】

試料No.	窒素密度 (ppm)	ヌープ硬度 (kg/mm ²)	
		(100) <100>	(100) <110>
IIa-01	0	11779	*
IIa-02	0	12898	*
IIa-03	0.04	10554	*
IIa-04	0.04	11396	*
IIa-05	0.04	11950	*
IIa-06	0.05	9867	*
IIa-07	0.36	10027	*
IIa-08	0.5	10401	*
IIa-09	1.7	8474	*
IIa-10	2.6	9428	*
Ib-01	60	8607	8475
Ib-02	88	9669	7401
Ib-03	235	9479	8075

* 圧痕が形成されないため測定不可。

【0012】

天然ダイヤモンドや通常の合成ダイヤモンドは(100)面上では<100>方向が<110>方向より硬いが、不純物量3ppm以下のダイヤモンドはこれとは逆の傾向を示し、特に<110>方向は、ヌープ圧子による圧痕が形成されず、極めて硬い。これは、合成IIa型ダイヤモンド結晶は圧子押し込みによる変形の起点となる不純物、欠陥が極

めて少ないためと考えられる。なお、不純物 3 ppm を越えるとこの傾向は見られなくなり、天然ダイヤモンド結晶や合成 Ib 型ダイヤモンド結晶と同様の傾向を示すようになる。

【0013】

本発明によるダイヤモンド工具では、該ダイヤモンド工具を超精密切削バイトとすることができる。上記の低窒素含有ダイヤモンドの高い硬度により高い耐摩耗性を持つ超精密切削バイトを提供することができる。

【0014】

また、本発明によるダイヤモンド工具では、該ダイヤモンド工具をマイクロトーム、ナイフとする事ができる。上記の低窒素含有ダイヤモンドの高い硬度と低欠陥により優れた刃立ち性を持つマイクロトーム、ナイフを提供することができる。

【0015】

同じく本発明によるダイヤモンド工具では、該ダイヤモンド工具を線引き用ダイスとする事ができる。上記の低窒素含有ダイヤモンドの高い硬度と低欠陥により耐摩耗性に優れ、欠陥の少ない線引き用ダイスを提供することができる。

【0016】

さらに、本発明によるダイヤモンド工具では、該ダイヤモンド工具をドレッサーとする事ができる。上記の低窒素含有ダイヤモンドの高い硬度と低欠陥により、耐摩耗性に優れ、刃立ち性の良いドレッサーを提供することができる。

【0017】

以上の知見に基づき、不純物量が 3 ppm 以下、好ましくは 0.1 ppm 以下で、結晶欠陥の少ない合成ダイヤモンドを用いて工具を作製した。不純物量の低減は、高純度な炭素源、Fe-CO 溶媒を用い、溶媒に Ti などの窒素ゲッターを添加することで可能である。また、線状の転位欠陥は、低欠陥ダイヤモンド結晶から切り出した結晶を種にすることで、転位欠陥を除去できる。

【発明の効果】

【0018】

単結晶ダイヤモンドを用いる工具において、窒素不純物の量の少ない合成ダイヤモンドを用いることにより、その高硬度および低欠陥により従来のダイヤモンド工具よりはるかに優れた、刃立ち性、耐摩耗性、品質の安定性を有するダイヤモンド工具を提供することができる。

【実施例 1】

【0019】

高圧下の温度差法によるダイヤモンド結晶の合成において、原料に高純度黒鉛、溶媒に Fe-CO 溶媒を用い、窒素ゲッターとして Ti を 1.5 重量%、溶媒に添加し、種結晶に低欠陥結晶を用い (001) 面を種面にして、圧力 5.5 GPa、温度 1350℃、合成時間 70 時間で、約 0.8 カラットの高純度 IIa 型ダイヤモンド単結晶を合成した。

【0020】

得られたダイヤモンド結晶は、無色透明で、紫外可視スペクトル、赤外スペクトルとも、窒素などの不純物による吸収がほとんど認められず、不純物 0.1 ppm 以下の高純度 IIa 型結晶であった。また、偏光顕微鏡観察より、内部歪がほとんどなく、X 線トポグラフィ観察により、結晶欠陥がほとんどないことを確認した。

【0021】

上記のようにして得られたダイヤモンド結晶から次のようにしてダイヤモンドバイトを作製した。該ダイヤモンド結晶を、長さ 3 mm、幅 1 mm、厚み 1 mm に加工し、これをバイトシャンクにロウ付けした。この際、ロウ付けには Ti が含まれる活性ロウ材を使用すると比較的低温でロウ付けすることが出来、単結晶ダイヤモンド表面の熱劣化が少なくなるため好ましい。更にダイヤモンド素材とシャンクの間のロウ層は 100 μm 以上あれば作製されたバイト先端部にロウ付けの際の残留応力が少なくなるので好ましい。また、単結晶ダイヤモンド素材のロウ付け面を確保するため上下面は (100) 面とした。その

後、刃先を先端 $R10\mu m$ 、先端角 45° のダイヤモンドバイトを作製した。

【0022】

その場合先端部の面方位は (110) 面とすれば研磨加工が容易となり工具先端部の強度、刃立ち性を良くすることができる。また、ダイヤモンドバイト作製にはダイヤモンド遊離砥粒を鋳鉄盤の上に付し高速回転するスカ이프研磨装置を使用した。以上のようにして作製したダイヤモンドバイトの刃先先端部は数ミクロンあるいはそれ以下の大きさの微小欠けが全く確認できなかった。このダイヤモンドバイトを精密旋盤に取り付け回転速度 800rpm 、送り速度 $0.3\mu m/r$ 、切り込み $1\mu m$ の条件で金型表面にメッキ処理された金属 Ni 部分を切削した結果、送りマークも見られず高精度な鏡面が得られた。

【実施例 2】

【0023】

窒素ゲッターの Ti の添加量を 1.5 重量%として、他は実施例 1 と同様にして、約 0.8 カラットの高純度 IIa 型ダイヤモンド単結晶を合成した。得られたダイヤモンド結晶は、薄く黄色味があり、紫外可視スペクトルに孤立置換型の窒素不純物による吸収が若干見られ、窒素不純物量は約 2.8ppm であった。偏光顕微鏡観察より、内部歪がほとんどなく、X線トポグラフ観察により結晶欠陥がほとんどないことを確認した。

【0024】

上記のようにして得られたダイヤモンド結晶から、実施例 1 と同様にしてダイヤモンドバイトを作製した。このダイヤモンドバイトの刃先先端部は数ミクロンあるいはそれ以下の大きさの微小欠けが全く確認できなかった。このダイヤモンドバイトを精密旋盤に取り付け、実施例 1 と同条件で金型表面にメッキ処理された金属 Ni 部分を切削したところ、送りマークも見られず高精度な鏡面が得られた。

【0025】

(比較例 1)

窒素ゲッターを用いずに、他は実施例 1 と同様にしてダイヤモンドを合成した。得られたダイヤモンドは、約 1 カラットの窒素不純物を含んだ Ib 型結晶で、黄色を呈していた。赤外吸収スペクトルより見積もった窒素量は約 60ppm であった。この合成 Ib 型ダイヤモンド結晶より、実施例 1 と同様にして超精密切削バイトを作製した。実施例 1 のバイトに比べ、刃立性があまりよくなく、耐摩耗性にも劣ったものであった。

【0026】

(比較例 2)

天然のダイヤモンド Ia 型を用いて実施例 1 と同様にダイヤモンドバイトを作製した。刃先に欠陥があったためか、刃立性が悪く、切削時の摩耗も大きかった。

【図面の簡単な説明】

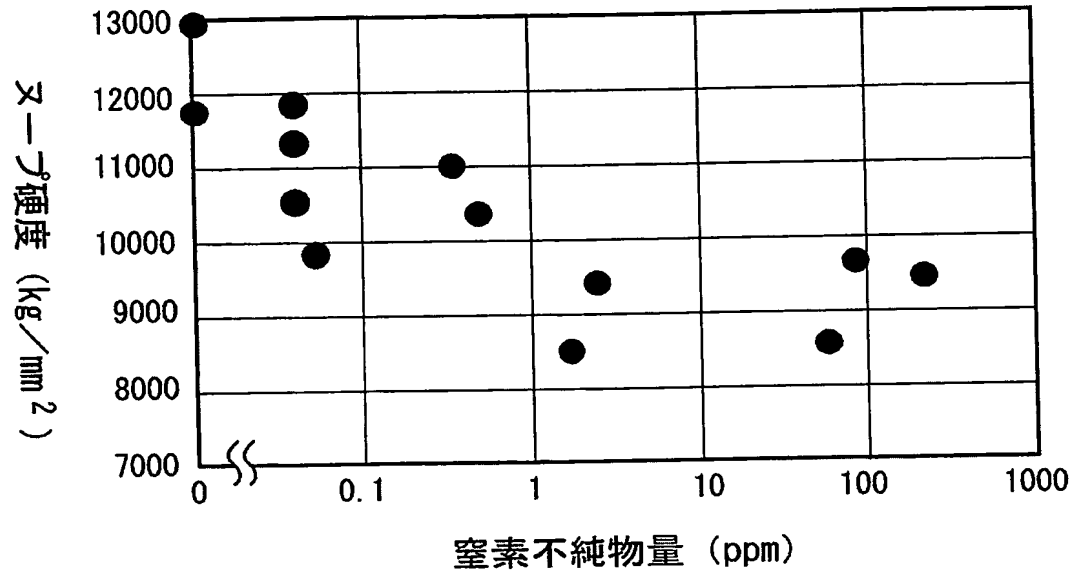
【0027】

【図 1】 合成ダイヤモンドの (100) 面 $\langle 100 \rangle$ 方向のヌープ硬度

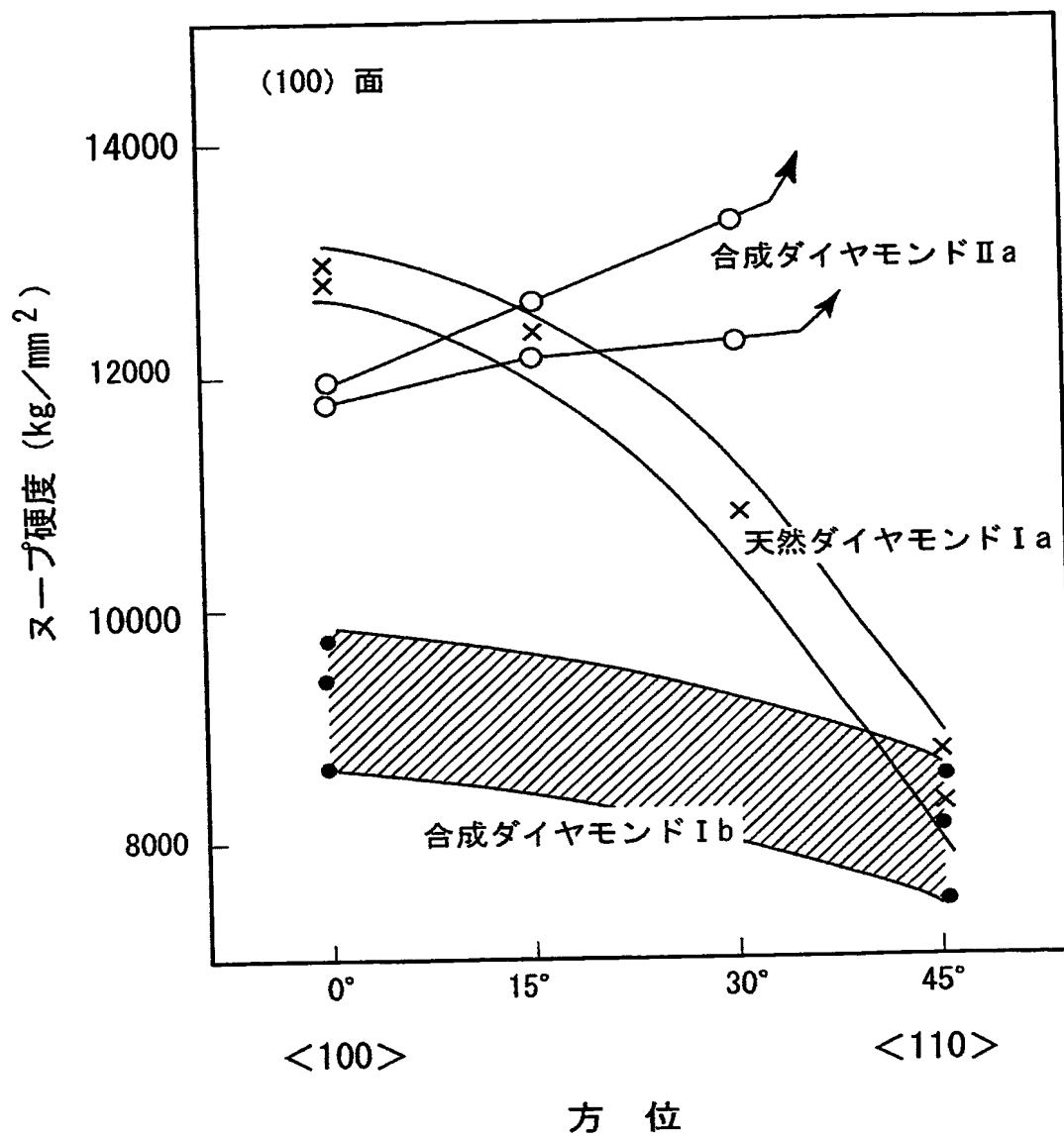
【図 2】 各種ダイヤモンドの (100) 面上の各方位のヌープ硬度

【書類名】図面

【図 1】



【図 2】



【書類名】要約書

【要約】

【課題】 従来の単結晶ダイヤモンド工具は、ダイヤモンド結晶内に含まれる不純物である窒素の影響により、耐摩耗性や刃立ち性が充分とは言えず、また、窒素の存在に起因する結晶欠陥が存在した、結晶によるそれらのばらつきが大きい、切削工具としての性能は充分なものとは言えなかった。

【解決手段】 工具に用いる合成単結晶ダイヤモンドの窒素含有量を 3 ppm、好ましくは 0.1 ppm 以下に減少させることによって高くなるダイヤモンドの (100) 面 <111> 方向の硬度を利用し、同時に欠陥が減少することを利用して、各種のダイヤモンド工具を提供する。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2 0 0 3 - 3 5 1 4 9 7
受付番号	5 0 3 0 1 6 8 9 5 4 3
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0 0 9 4
作成日	平成 1 5 年 1 0 月 1 4 日

< 認定情報・付加情報 >

【提出日】 平成 15 年 10 月 10 日

【書類名】 出願人名義変更届
【整理番号】 102I0301
【提出日】 平成16年10月 7日
【あて先】 特許庁長官殿
【事件の表示】
【出願番号】 特願2003-351497
【承継人】
【識別番号】 503212652
【住所又は居所】 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目 1 番 1 号
【氏名又は名称】 住友電工ハードメタル株式会社
【承継人代理人】
【識別番号】 100064746
【弁理士】
【氏名又は名称】 深見 久郎
【選任した代理人】
【識別番号】 100085132
【弁理士】
【氏名又は名称】 森田 俊雄
【選任した代理人】
【識別番号】 100083703
【弁理士】
【氏名又は名称】 仲村 義平
【選任した代理人】
【識別番号】 100096781
【弁理士】
【氏名又は名称】 堀井 豊
【選任した代理人】
【識別番号】 100098316
【弁理士】
【氏名又は名称】 野田 久登
【選任した代理人】
【識別番号】 100109162
【弁理士】
【氏名又は名称】 酒井 將行
【手数料の表示】
【予納台帳番号】 008693
【納付金額】 4,200円
【提出物件の目録】
【物件名】 承継人であることを証明する書面 1
【提出物件の特記事項】 手続補足書にて提出
【包括委任状番号】 0310388

特願 2003-351497

出願人履歴情報

識別番号

[000002130]

1. 変更年月日
[変更理由]
住 所
氏 名

1990年 8月29日
新規登録
大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号
住友電気工業株式会社

特願 2003-351497

出願人履歴情報

識別番号

[503212652]

1. 変更年月日
[変更理由]
住所
氏名

2003年 6月11日
新規登録
兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号
住友電工ハードメタル株式会社

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.